

# オンライン SPE-GC システム SPL-M100

簡易マニュアル  
(島津社 GC 用)

株式会社アイスティサイエンス



## 目次

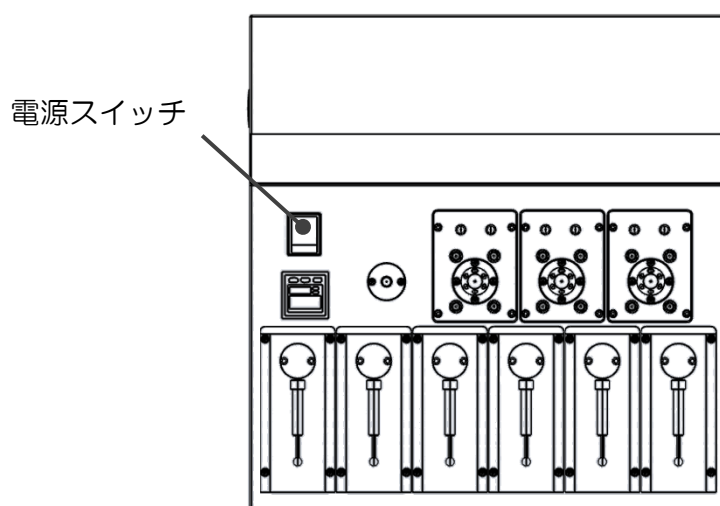
使用手順.....	1
1 本体の電源を入れる.....	2
2 ソフトウェアを立ち上げる .....	3
3 溶媒を準備してセットする .....	5
4 誘導体化試薬を準備してセットする .....	7
5 試料をバイアルトレイにセットする .....	8
6 固相カートリッジ (Flash-SPE) を固相トレイにセットする .....	10
7 SPE-GC メソッドの編集と実行 .....	12
8 GC メソッド編集と実行 .....	21
9 分析終了後の装置シャットダウンについて .....	24

## 使用手順

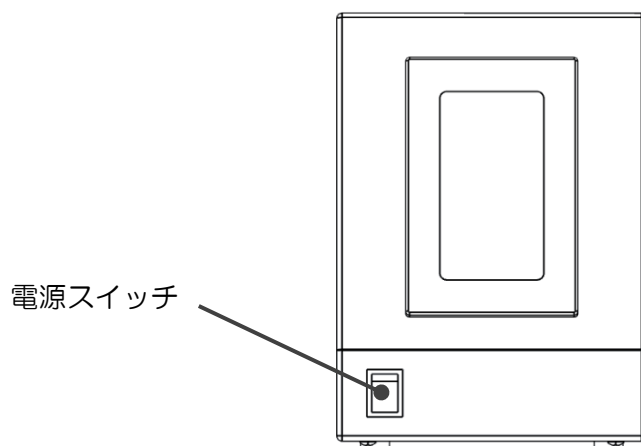
1. 本体の電源を入れる (SPL-M100、LVI-S250)  
↓
2. ソフトウェアを立ち上げる  
↓
3. 溶媒を準備してセットする  
↓
4. 誘導体化試薬を準備しセットする  
↓
5. 試料をバイアルトレイにセットする  
↓
6. 固相カートリッジ (Flash-SPE) を固相トレイにセットする  
↓
7. SPE-GC メソッドを実行する  
↓
8. GC メソッドを実行する  
↓
9. 分析終了後のシャットダウンについて

## 1 本体の電源を入れる

送液部（コントローラ）にある電源スイッチを ON (I) にします。  
電源を入れると、送液部および本体（ロボットアーム）側にも電源が供給されます。  
（電源が入っていない状態では、ロボットアームのロックは解除されています。）



LVI-S250 の電源スイッチも同様に ON (I) にします。



## 2 ソフトウェアを立ち上げる

SPL-M100 制御ソフト、SGLI-STUDIO を起動します。  
デスクトップにある SGLI-STUDIO のショートカットアイコンをダブルクリックしてソフトを起動します。



起動後、シーケンスタブの上部にある通信状態を確認します。SPL-M100 との通信が正常に行われていれば、通信状態に「通信中」と表示され、ウィンドウが緑色の表示になります。

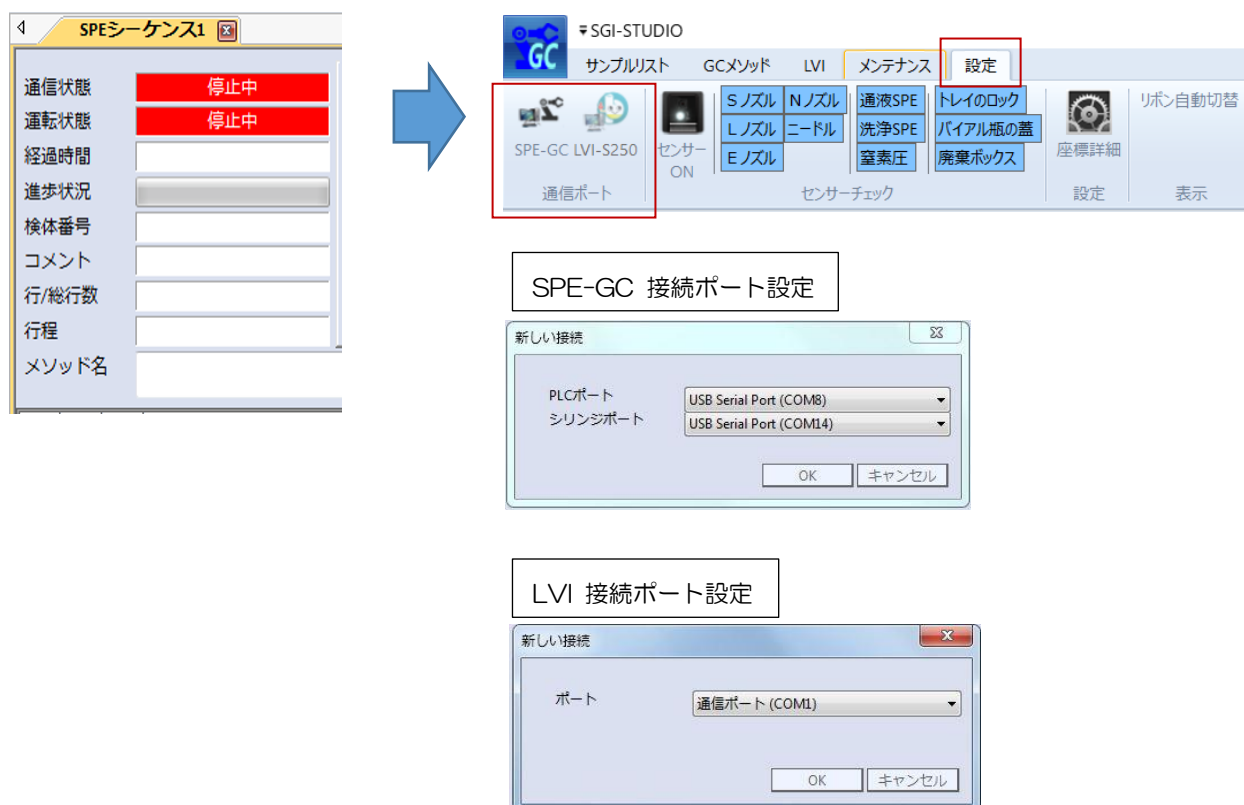


LVI-S250 のソフトを開き、同様に通信状態を確認します。



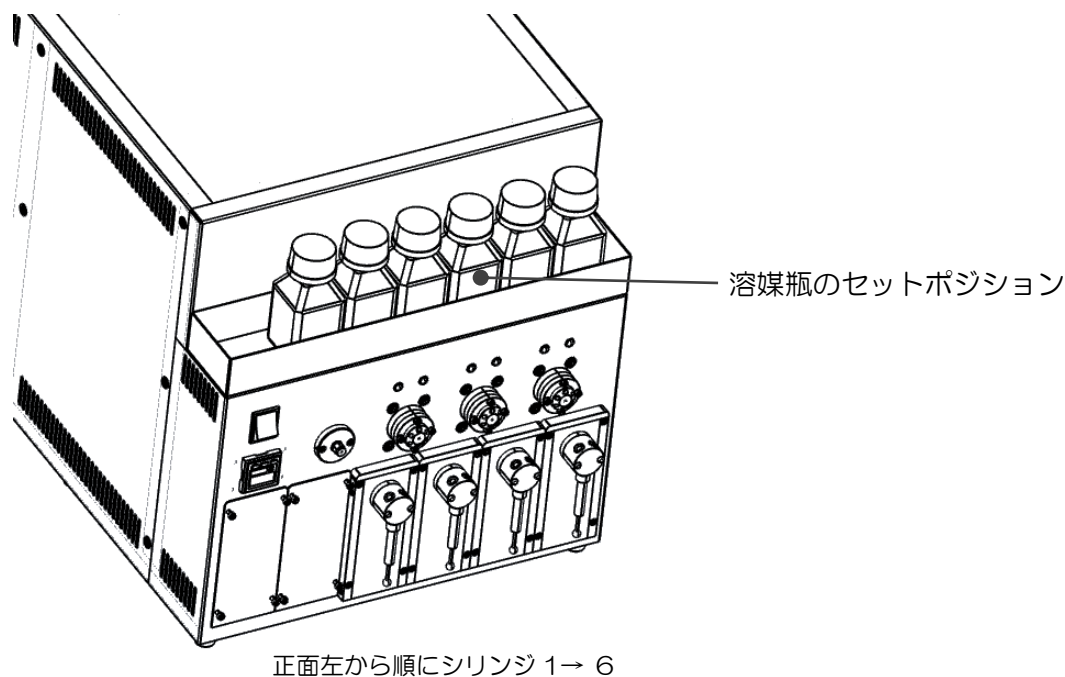
通信状態が「停止中」で、ウィンドウが赤色の表示になっている場合は通信ができていませ

ん。通信ができない場合、パソコンの COM ポート設定が正しく行われているかを確認してください。設定タブの通信ポートにある「SPE-GC」アイコンをクリックし、通信ポートの設定を行ってください。(通信ポートはデバイスマネージャーにより確認してください。)



### 3 溶媒を準備してセットする

溶媒瓶に溶媒を準備し、送液部のボトルラックにセットします。各シリンジポンプに繋がっている PTFE 製チューブの先端をキャップの穴から差し込みます。チューブの先端が底に着くまで（黒い印まで）しっかりと差し込んでください。



#### メタボロミクス分析標準使用溶媒

- シリンジ 1: アセトニトリル
- シリンジ 2: 水（超純水）
- シリンジ 3: アセトニトリル/水=1/1
- シリンジ 4: アセトニトリル
- シリンジ 5: ヘキサン
- シリンジ 6: アセトン

また、運転の開始時には溶媒ラインのエア抜きを行ってください\*。  
エア抜きはメンテナンスタブにある「溶媒の入れ替え」のアイコンをクリックし、各シリンジの動作回数と速度を設定して実行します。

※1 日の使用開始時や、前回の運転から時間が開いている場合、溶媒ラインの気泡が抜けるまでエア抜きを十分に行ってください。



SPL-M100 簡易マニュアル  
(アジレント社 GC 用)



シリンジポンプの番号

速度もしくは回数を直接入力することができます。

上矢印を押すと入力値が増え、下矢印を押すと減ります。

設定保存ボタン

実行ボタン

中止ボタン

## 4 誘導体化試薬を準備してセットする

装置にセットする誘導体化試薬を準備します。

### メタボロミクス分析用標準誘導体化試薬

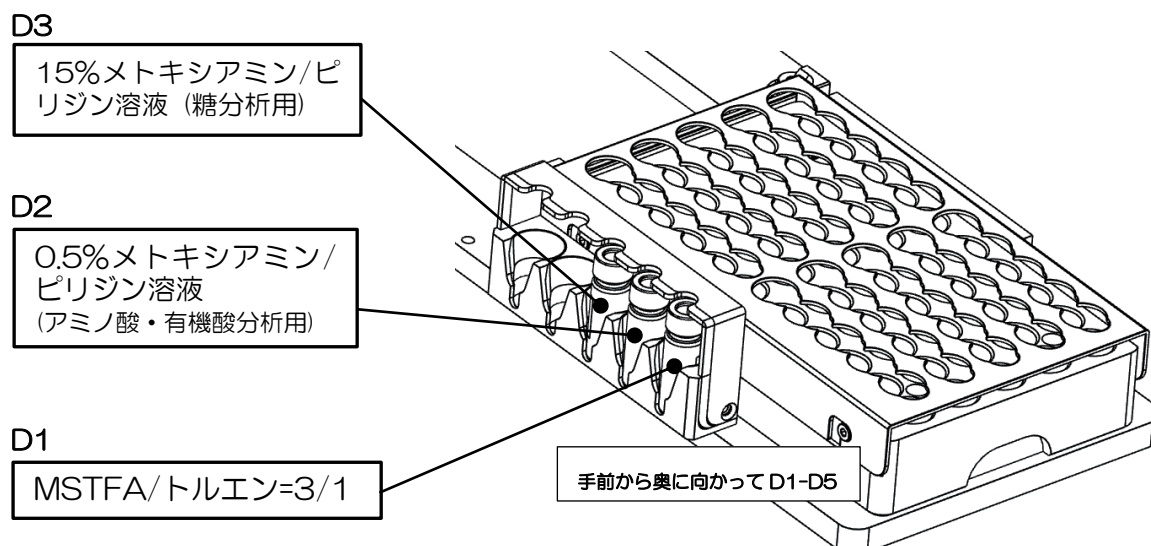
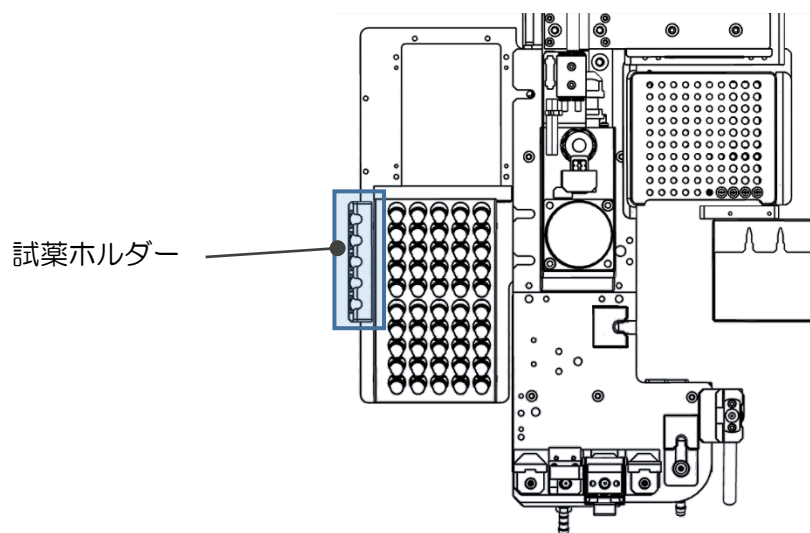
D1: MSTFA/トルエン=3/1 (v/v)

D2: 0.5%メトキシアミン/ピリジン溶液 (w/v)

D3: 15%メトキシアミン/ピリジン溶液 (w/v)

試薬ホルダーのセットポジションに、準備した誘導体化試薬をセットします。

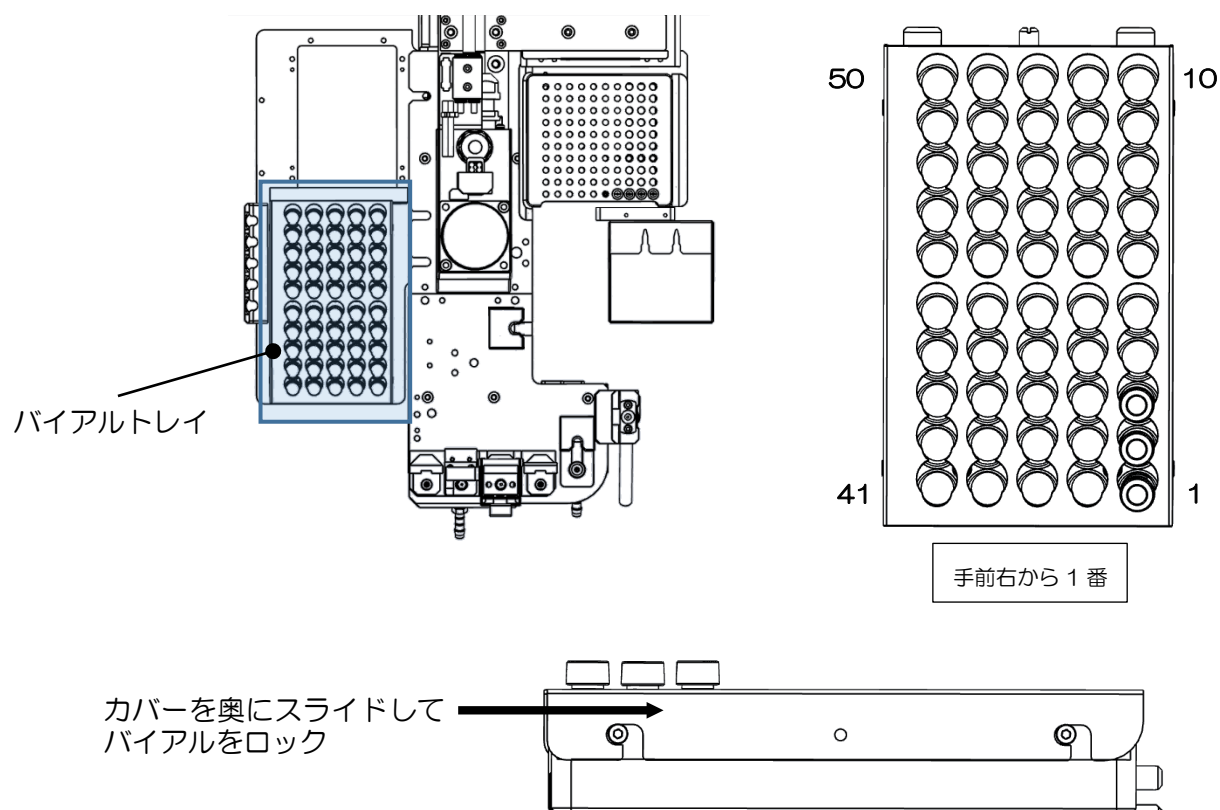
(本体俯瞰図)



## 5 試料をバイアルトレイにセットする

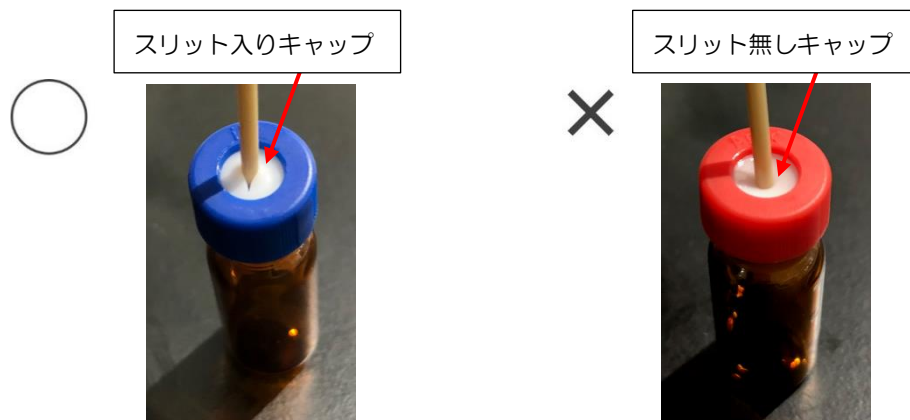
試料を 1.5mL バイアルに準備し、バイアルトレイのロック板を手前側に引いてからバイアルセットしてください。バイアルをセットしたらロック板を奥側へ押し込み、バイアルを固定してください。バイアル番号は右側手前が 1 番になり、奥へ順に進みます。最大 50 検体の試料をセットすることができます。

(本体俯瞰図)



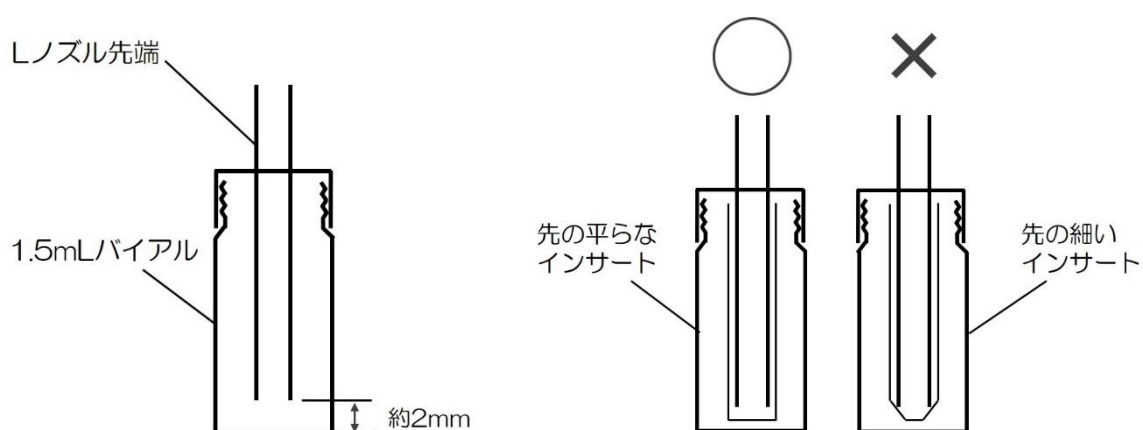
**▲ 注意**

試料を L ノズルで吸引する場合、スリットの無いシリコン製や PTFE 製のセプタムはノズルが挿さらないので使用しないでください。スリット付きセプタムもしくはアルミ製のセプタムをご使用ください。



**▲ 注意**

L ノズルまたは S ノズルがバイアル瓶へ挿入される深さは、バイアルの底から約 2 mm 上の位置に設定しています。1.5 mL のバイアルに直接試料を入れる場合、300  $\mu$ L 以下では設定した試料量を吸引できない場合がありますのでご注意ください。試料量が少ない場合は、底が平らになっているインサートをご使用ください。先端が細くなっていたり、スプリングが付いているインサートは、ノズルの先が底面に当たり試料が上手く吸引できないことがありますので使用しないでください。

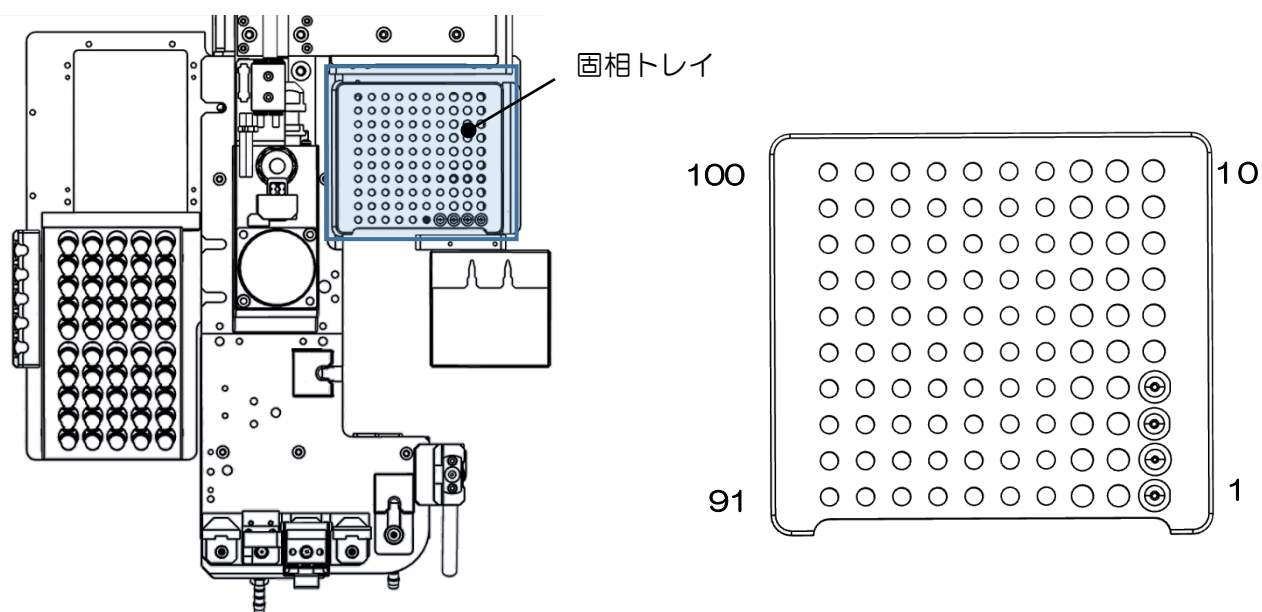


バイアルにノズルを挿入した図

## 6 固相カートリッジ (Flash-SPE) を固相トレイにセットする

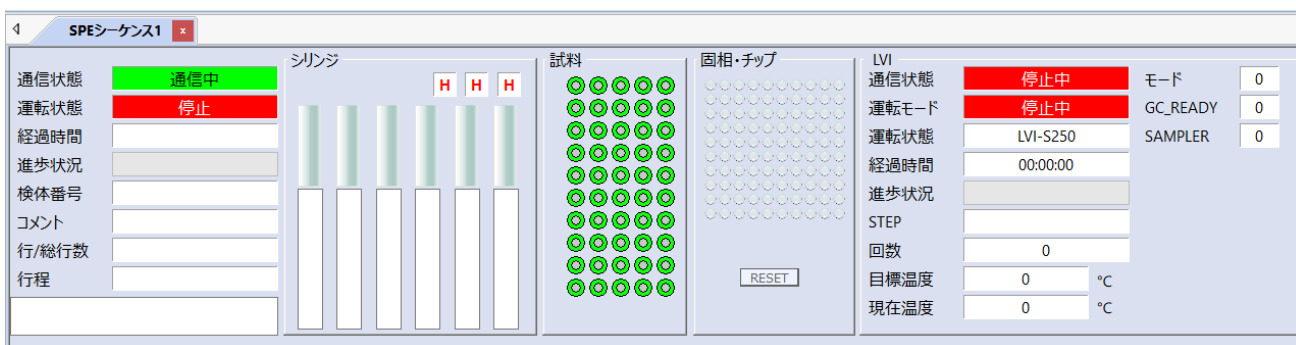
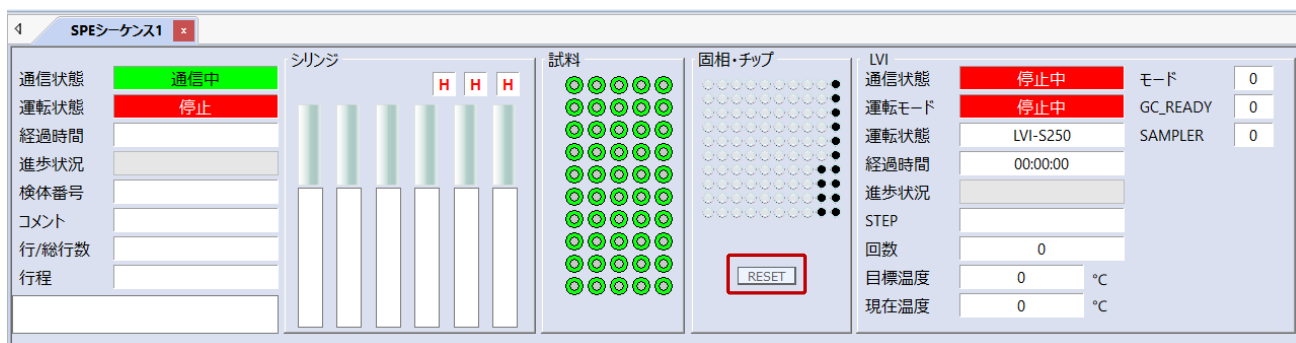
専用固相カートリッジ[Flash-SPE (アイスティサイエンス社製)]をトレイにセットします。固相カートリッジ右側手前が1番となり、奥に向かって順番に使用していきます。固相カートリッジがセットされていない番号はロボットが検知し、次のセットされた番号まで自動で進んでいきます。最大 100 個のカートリッジをトレイにセットできます。

(本体俯瞰図)



**▲ 注意**

固相カートリッジの使用した番号は、ソフトウェアで自動メモリーされます。(使用した番号は黒色で表示されます。) 固相カートリッジを再セットした場合は、ソフト画面のリセットボタンを押し、メモリー情報をリセットしてください。



**▲ 注意**

固相カートリッジの使用した番号はメモリーされますが、固相カートリッジの残数が検体数に対して不足している場合でもエラー表示はされませんので、シーケンスに必要な固相カートリッジを予めセットしてください。

## 7 SPE-GC メソッドの編集と実行

SPE-GC メソッド (.spem) は前処理プログラムと LVI プログラムの組み合わせで構成されています。ここでは、LVI メソッド (.lvm) の編集と SPE-GC メソッドへの LVI メソッド読み込み方法について示します。

(前処理プログラムの作成については取扱説明書の各コマンド説明を参照ください。)

リボンメニューの「LVI」にあるソフト起動をクリックします。



LVI-S250 のタブが開かれるので、以下の項目を設定します。



No	レート	温度	保持時間	運転時間
1	-	220.0	0.50	0.50
2	50.0	290.0	16.00	17.90
3				
4				
5				
6				
7				
8				

①リポート運転モードを選択

②注入法：[スプリット]<sup>※1</sup> を選択。

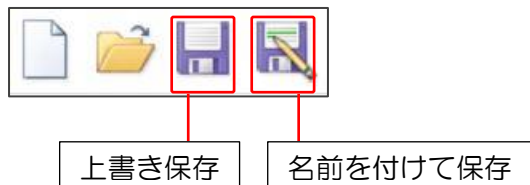
③昇温プログラムを設定。

220°C (0.5min) - 50°C/min- 290°C (17.9min<sup>※2</sup>)

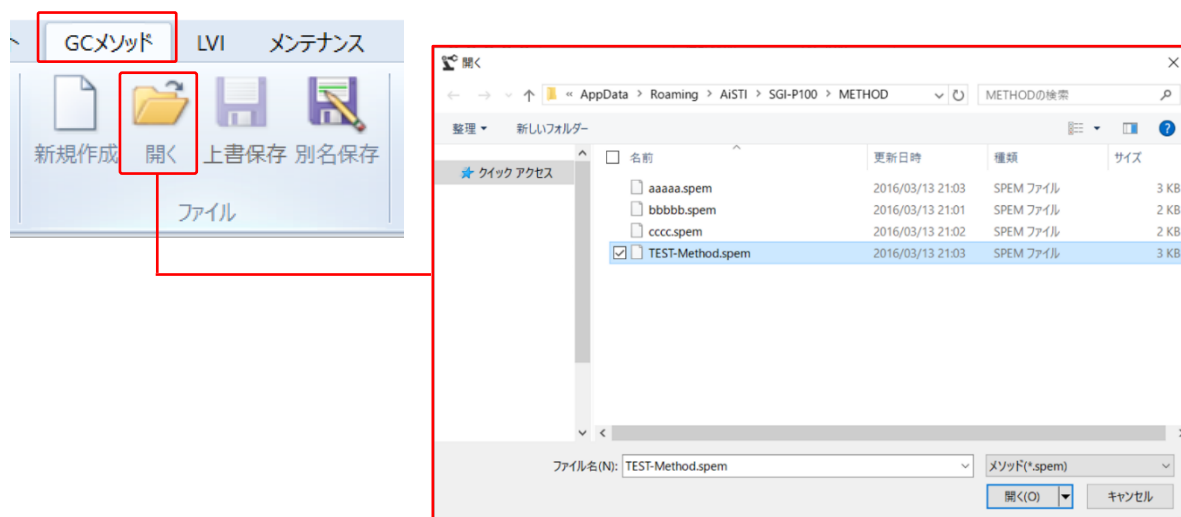
※1 誘導体化試薬のカラム導入量を低減するためにスプリット注入を行います。

※2 最終の保持時間は GC メソッドに合わせて時間を設定。

作成したメソッドを保存します。「上書き保存」もしくは「名前を付けて保存」を選び、LVI メソッド (.lvm) を保存します。



作成した LVI メソッドを SPE-GC メソッドに読み込みます。  
リボンメニューの「GC メソッド」にあるファイル項目から「開く」をクリックし、フォルダから既存の SPE-GC メソッド (.spem) を選択します。





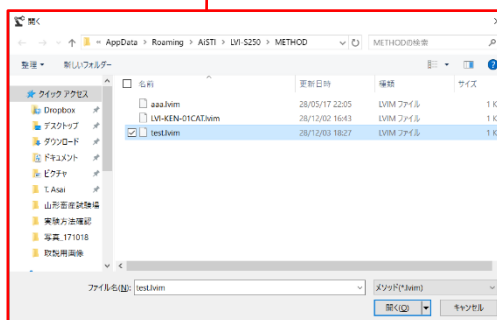
## SPL-M100 簡易マニュアル (アジレント社 GC 用)

下のような前処理コマンドが入力されたメソッドが開かれます。

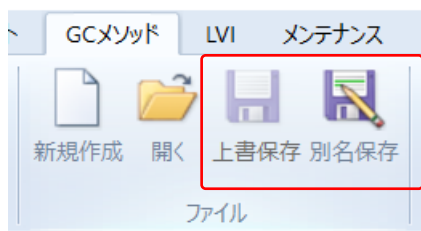
No	コマンド名	ポジション													シリンジ 量(μl) 流速(μl/s)				シリンジ 量(μl) 流速(μl/s)		コメント	工程							
		原点	試料	濃液	→ト)	溶出	固相	廃棄	ノズル格納	Syr4	Syr3	Syr2	Syr1	V	Syr6	Syr5	V												
		P	P0	P1	P2	P3	P4	P5	P6	PL	PS	PN	250μL 流速	V	250μL 流速	V	250μL 流速	V	50μL 流速	V	2	1	100μL 流速	V	100μL 流速	V	3		
1	原点復帰									L	S	E	N																
2	載で固相を取りPOS2に移動する				C																								
3	シリンジAでμlを流速μl/sで吸出												250	50	L								H	H					
4	シリンジAでμlを流速μl/sで吸出												-250	25	R								H	H					
5	ノズルをPOS2へ移動する				L																								
6	シリンジAでμlを流速μl/sで吸出												250	50	L								H	H					
7	シリンジAでμlを流速μl/sで吸出												-250	20	R								H	H					
8	ノズルを取り試料P1へ移動する			L	-L																		H	H					
9	シリンジAでμlを流速μl/sで吸出												40	4	R	250	50	L					H	H					
10	T移待つ	5																											
11	ノズルをPOS2へ移動する				-L	L																							
12	シリンジAでμlを流速μl/sで吸出												-50	3	R	50	25	L	H	C									
13	シリンジAでμlを流速μl/sで吸出												-200	20	R	-50	25	R	H	C									
14	シリンジAでμlを流速μl/sで吸出												250	50	L	50	25	L	H	C									
15	シリンジAでμlを流速μl/sで吸出												-250	20	R	-50	25	R	H	C									
16	ノズルを格納する										L																		
17	ノズルNを取りP2へ移動する																												
18	ノズルNをT移載させる	15																											
19	ノズルNを格納する																												
20	LVI-Start																												

次にLVIメソッドを読み込みます。メソッド項目のLVIメソッドのアイコンをクリックし、LVIメソッドを開きます。「参照」ボタンを押して作成したLVIメソッドを読み込みます。  
※ LVIメソッド選択画面ではメソッドの編集はできませんので注意してください。

No	レート	温度	保持時間	運転時間
1	-	220.0	0.50	0.50
2	50.0	290.0	16.00	17.90
3				
4				
5				
6				
7				
8				

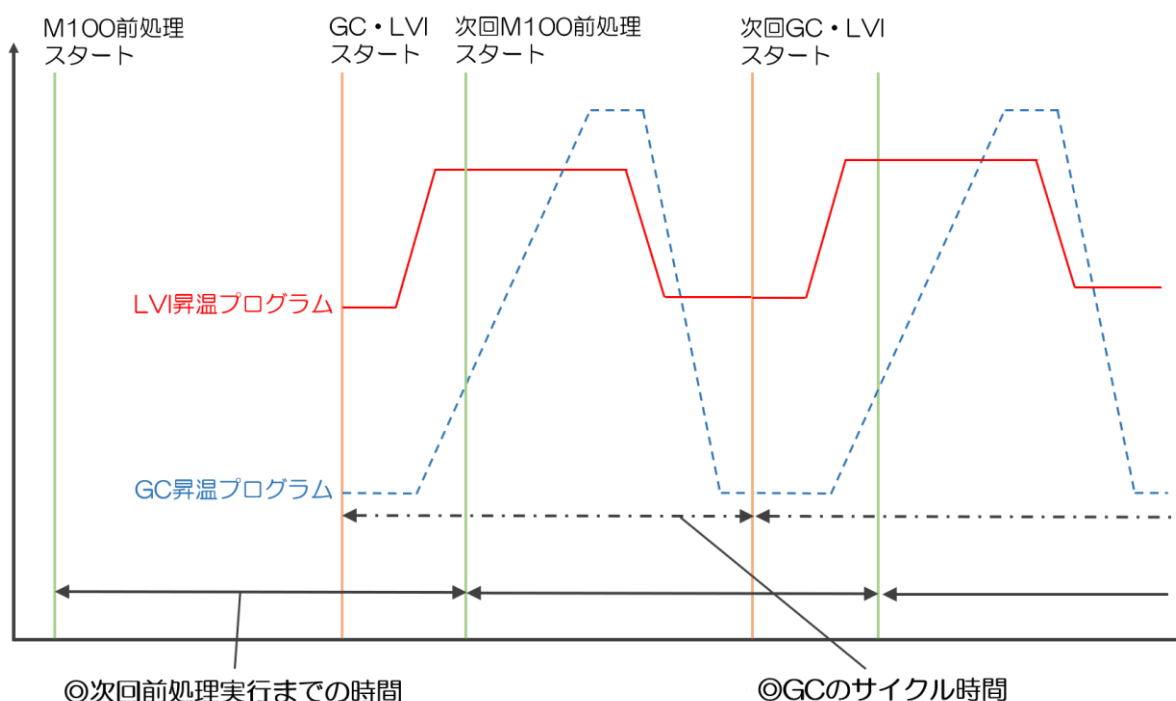
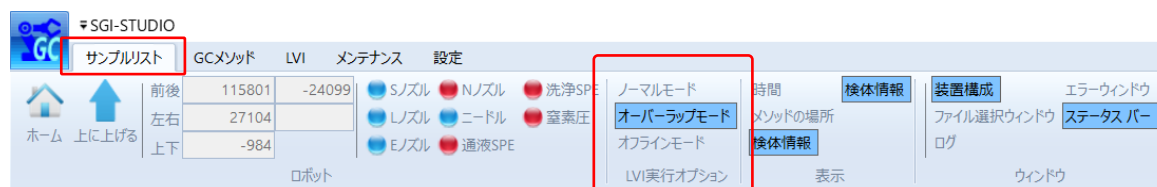


SPE-GC メソッドファイルを保存します。ファイル項目の「上書き保存」もしくは「別名保存」を選択し、SPE-GC メソッドを保存します。



次に編集した SPE-GC メソッドファイルを読み込み、シーケンス運転を実行します。リボンメニューの「サンプルリスト」にある LVI 実行オプション項目からオーバーラップモード\*を選択します。

※ オーバーラップモードは、GC サイクルタイムに合わせて次回メソッド開始時間を設定できるモードになります。

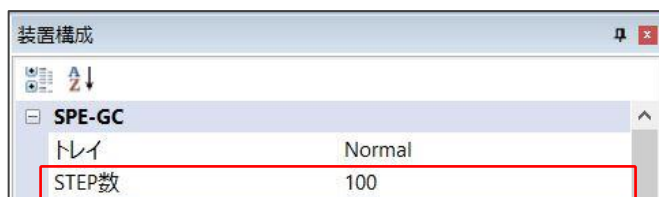


オーバーラップモードのサイクルイメージ図

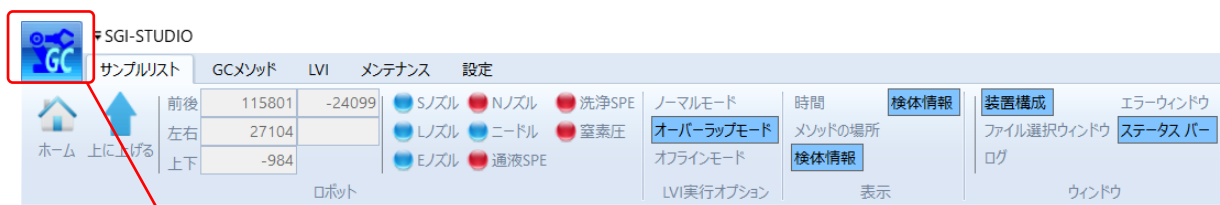
## SPL-M100 簡易マニュアル (アジレント社 GC 用)



必要な検体数に応じてシーケンスの行を追加します。標準では 50 行まで登録できます。  
1 シーケンスで 50 行以上を実行する場合、装置構成ウィンドウの「SPE-GC」メニューにある「STEP 数」に必要な行数を入力します。



行数の変更をシーケンスに反映させる場合、新規にシーケンステーブルを開きます。画面左上のアイコンをクリックし、新規作成を選択すると、行数が変更されたシーケンステーブルが開きます。



クリック

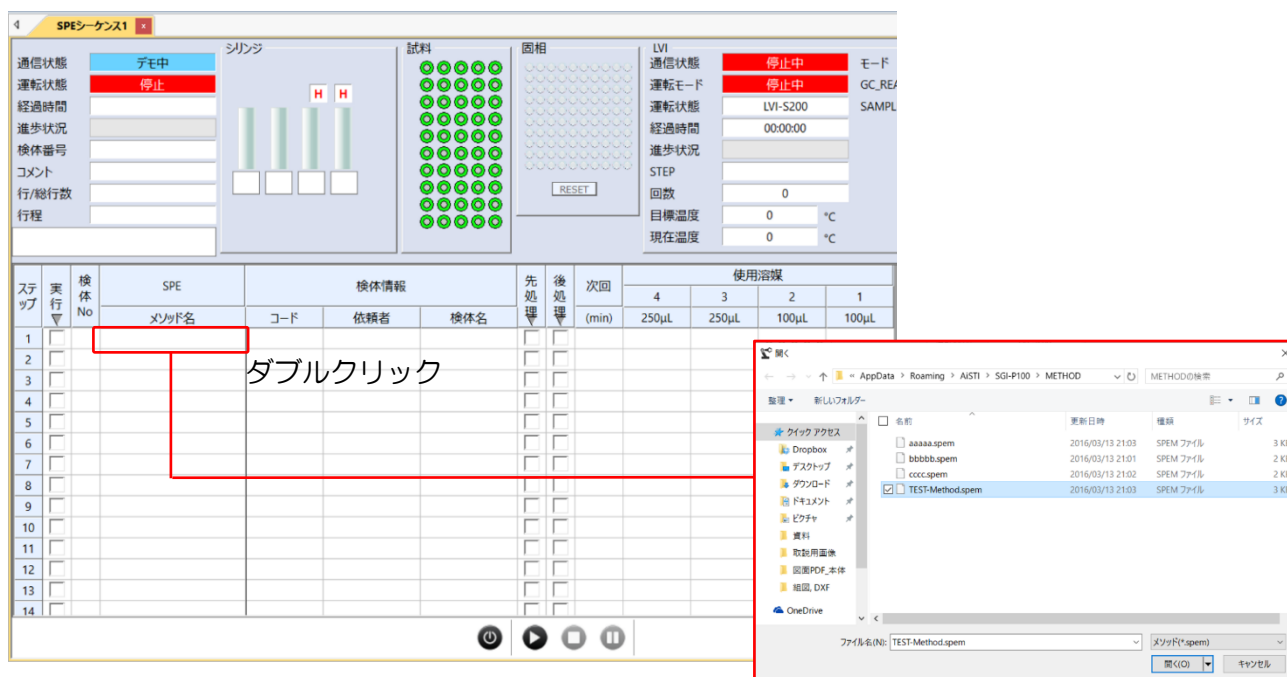


ステップ	実行	検体 No	SPE		検体情報		先処理	後処理	次回
			メソッド名	コード	依頼者	検体名			
89	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
90	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
91	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
92	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
93	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
94	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
95	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
96	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
97	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
98	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
99	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
100	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

SPL-M100 簡易マニュアル  
(アジレント社 GC 用)



シーケンスに SPEGC メソッドを読み込みます。シーケンス中の SPE メソッド名の列をダブルクリックすると、「METHOD」フォルダが展開します。読み込む SPEGC メソッドファイル (.spem) を選択し、「開く」をクリックします。



シーケンスの選択行にメソッドが読み込まれます。また、ここでは次回前処理メソッド実行までの時間を設定します。

[次回実行までの時間設定は、GC 測定時間+5 分が目安となります。]  
(オーバーラップモードのサイクルイメージ図を参照。)

ステップ	実行 ▼	検体 No	SPE			先 処理 ▼	後 処理 ▼	次回 (min)
			メソッド名	コード	検体名			
1	<input type="checkbox"/>	1	@M100検収-アミノ酸 有機酸			<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	27※
2	<input type="checkbox"/>					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
3	<input type="checkbox"/>					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
4	<input type="checkbox"/>					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
5	<input type="checkbox"/>					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

※ 次回実行時間の設定は、SPEGC メソッドファイルを読み込み、GC メソッドメニューにある「溶媒名」をクリックして表示されるウィンドウの次回実行時間に数値を入力します。シーケンス画面でメソッドを読み込んだときには、ここで設定した時間が反映されます。

# SPL-M100 簡易マニュアル (アジレント社 GC 用)



必要な試料数分だけシーケンス行を登録します。試料ごとに異なるメソッドを使用する場合は、検体 No. ごとにメソッドを選択します。上と同じメソッドを選択する場合は、必要な行数を選択してから、右クリックを押して「下へコピー」または「連続コピー」を行います。

「下へコピー」：上の行と同じ内容がコピーされます。

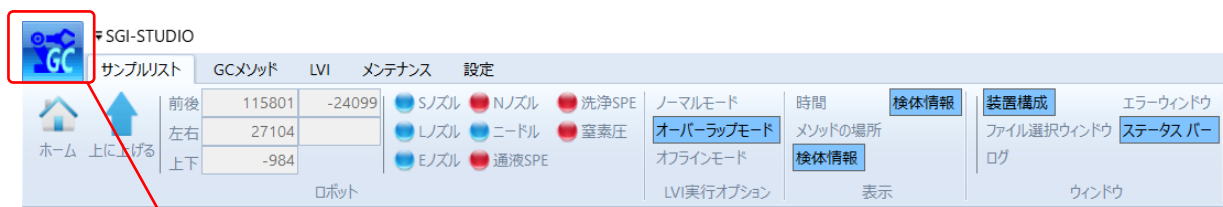
「連続コピー」：上の行と同じ内容がコピーされますが、検体 No. が連続番号となるようにコピーされます。

ステップ	実行	検体 No.	SPE	検体情報			先処理	後処理	次回 (min)
			メソッド名	コード	依頼者	検体名			
1	<input checked="" type="checkbox"/>	1	@M100検取-アミノ酸 有機酸				<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	27
2	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
3	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
4	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
5	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
6	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
7	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
8	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
9	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
10	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
11	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
12	<input type="checkbox"/>						<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

SPL-M100 簡易マニュアル  
(アジレント社 GC 用)



シーケンスの編集が出来たら、必要に応じてシーケンスを保存します。左上のアイコンをクリックするとウィンドウが表示されますので、ファイル名を付けてシーケンスを保存します。ファイルは「SEQUENCE」フォルダに保存されます。



クリック



シーケンスファイルの保存が終わったら、シーケンスを実行します。実行列のチェックボックスに✓を入れます。「実行」部分をクリックすると、入力した行全てに✓が入ります。

ステップ	実行 ▼	検体 No	SPE			検体情報			先 処 理	後 処 理	次回 (min)
			メソッド名	コード	依頼者	検体名					
1	<input checked="" type="checkbox"/>	1	@M100検収-アミノ酸 有機酸	1	1	1			27		
2	<input checked="" type="checkbox"/>	2	@M100検収-アミノ酸 有機酸	2	2	2			27		
3	<input checked="" type="checkbox"/>	3	@M100検収-アミノ酸 有機酸	3	3	3			27		
4	<input checked="" type="checkbox"/>	4	@M100検収-アミノ酸 有機酸	4	4	4			27		
5	<input checked="" type="checkbox"/>	5	@M100検収-アミノ酸 有機酸	5	5	5			27		
6	<input type="checkbox"/>										

シーケンス実行ボタンを押して、シーケンスを実行します。実行列に✓が入っている行が順に実行されます。また、途中でシーケンスを中止するには中止ボタンを押します。一時停止ボタンを押すと、一時的にメソッド実行を停止し、もう一度ボタンを押すと再開します。



以上がシーケンスによる操作手順になります。

## 8 GC メソッド編集と実行

GCMS メソッドの編集を行います。

GCMS solution のソフトを開きます。



GC パラメータ編集画面で以下の項目を設定します。

GCMS 分析

GC MS

気化室: LVI2 気化室温調ホート: INJ2

① カラムオーブン温度(O): 100.0 °C

② 気化室温度(M): 25.0 °C

③ 注入モード(D): スプリット

④ スプリット比(R): 50.0

サンプリク時間(S): 1.00 分

キャリアガス: He 一次圧: 500-900

制御ポート(N): 圧力

圧力(P): 72.6 kPa

全流量(T): 59.8 mL/分

線速度(L): 37.1 cm/秒

パージ流量(U): 3.0 mL/分

プログラム(G): カラムオーブン温度

レート	温度	ホールド時間
0	-	100.0
1	10.00	220.0
2	30.00	320.0
3	0.00	0.0

合計時間: 22.00 分

カラム  
名前: VF-5ms 膜厚: 0.25 um  
長さ: 30.0 m 内径: 0.25 mm ID

READYチェック(D)

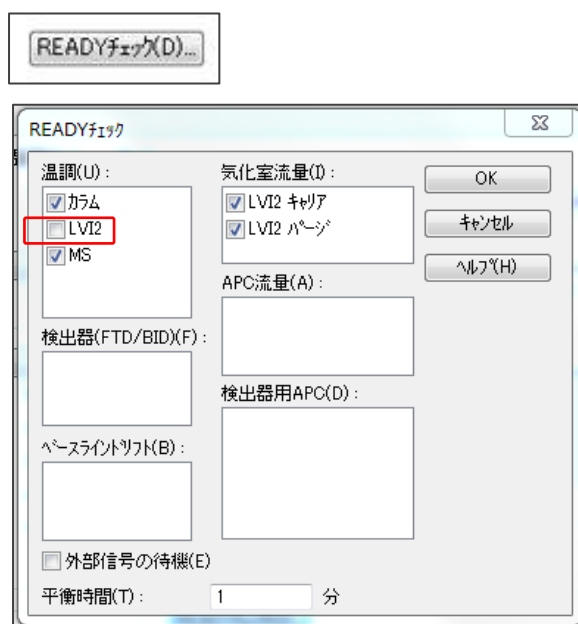
GCプログラム(C)

プログラクグラム タイムプログラム

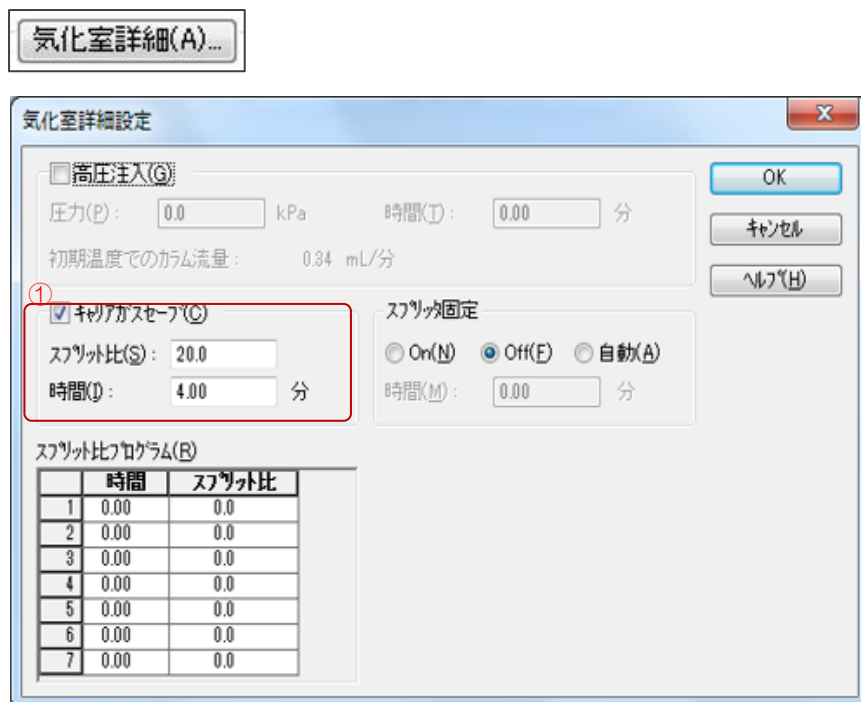
- ① 気化室温度を[25°C]に設定。
- ② 注入モードを[スプリット]に設定。
- ③ カラム流量を[1.0 mL/分]に設定。
- ④ スプリット比を[50]に設定。



次に「READY チェック」のボタンをクリックし、「LVI」の温調のチェックを外します。



気化室詳細ボタンをクリックし、キャリアガスセーブの設定をします。



① キャリアガスセーブにチェックを入れ、設定値を入力します。  
時間：[4.00]分 スプリット比：[20]

## SPL-M100 簡易マニュアル (アジレント社 GC 用)

MS パラメータ編集画面で以下の項目を設定します。

GCMS-TQシリーズ  
 イオン源温度(O): 250 °C  
 インターフェイス温度(T): 290 °C  
 溶媒溶出時間(S): 2.8 分  
 検出器電圧(D):  チューニング結果からの相対値  絶対値  
 MSプログラムを使用する(U): 設定(E)... 0 kV  
 CIDガスを使用せずに分析する(Q3スキャン)(C) しきい値(スキャン)(H): 200  
 GCプログラム時間: 22.00 分

	化合物名	開始時間 (分)	終了時間 (分)	測定 モード	イベント 時間(秒)	スキャン 速度	開始 m/z	終了 m/z
1-1	SCAN	3.00	19.00	Q3 スキャン	0.300	1428	70.00	470.00
		0.00	0.00	MRM	0.000			

溶媒排出時間を[2.8]分以上に設定します。

メソッド編集が完了したら、バッチテーブル作成画面で編集したメソッドを読み込み、バッチ運転を開始します。

GCMS 分析 (Admin) - [バッチテーブル - 170112.qgb]

ファイル(F) 編集(E) 表示(V) 装置(I) バッチ処理(B) ツール(T) ウィンドウ(W) ヘルプ(H)

フォルダ: D:\TQ8030\shima\161031\_ARRT

	バイアル番	サンプル名	サンパ	サンパル	解析の種	メソッドファイル	データファイル	レベル	注入量
1	15	C18-50確認 ほうれん草 アイスティ Dummy	0未知	IT QT	溶_50_SCAN.qem	112_D01.qed	1	5	
2	16	C18-50確認 ほうれん草 アイスティ dummy	0未知	IT QT	RT修正済_50.qem	112_A01.qed	1	5	
3	17	C18-50確認 ほうれん草 A-1 アイスティ	0未知	IT QT	RT修正済_50.qem	112_A02.qed	1	5	
4	18	C18-50確認 ほうれん草 A-2 アイスティ	0未知	IT QT	RT修正済_50.qem	112_A03.qed	1	5	
5	22	C18-50確認 ほうれん草 A-3 アイスティ	0未知	IT QT	RT修正済_50.qem	112_A06.qed	1	5	
6	21	STD5ppb/(15/85)	0未知	IT QT	RT修正済_50.qem	112_A07.qed	1	5	
7	23	メソッドtest2 空試験-1	0未知	IT QT	RT修正済_50.qem	112_B01.qed	1	5	
8	24	メソッドtest2 空試験-2	0未知	IT QT	RT修正済_50.qem	112_B02.qed	1	5	
9	25	メソッドtest2 ほうれん草-1	0未知	IT QT	RT修正済_50.qem	112_B03.qed	1	5	
10	26	メソッドtest2 ほうれん草-2	0未知	IT QT	RT修正済_50.qem	112_B04.qed	1	5	
11	27	メソッドtest2 ほうれん草-3	0未知	IT QT	RT修正済_50.qem	112_B05.qed	1	5	
12	21	STD5ppb/(15/85)	0未知	IT QT	RT修正済_50.qem	112_B06.qed	1	5	

メッセージ ログファイル

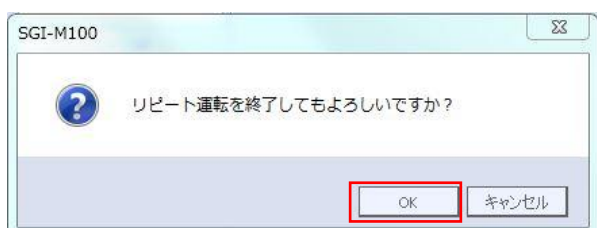
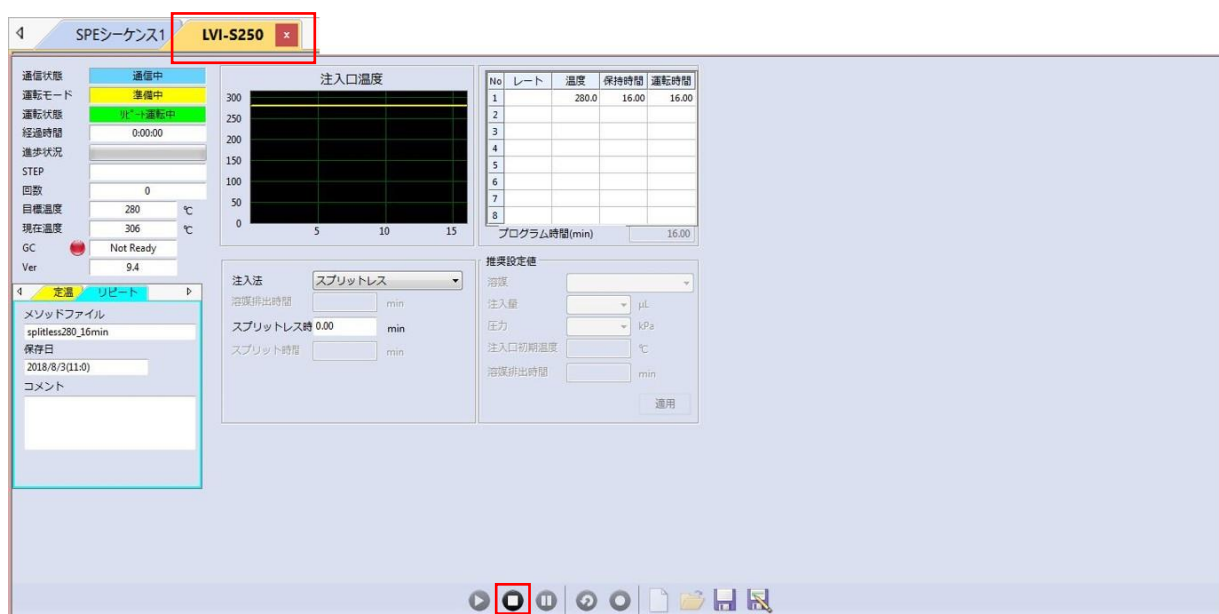
## 9 分析終了後の装置シャットダウンについて

シーケンス運転の終了後、SPL-M100 をシャットダウンする場合には以下の操作を行います。

「シーケンスが終了しました」というメッセージが表示されるので、OK ボタンをクリックします。

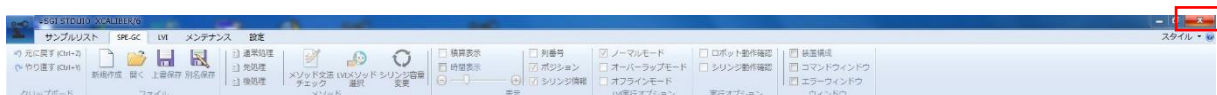


LVI のシートを選択し、画面下の停止ボタンをクリックして LVI の運転を停止します。「リピート運転を終了してもよろしいですか?」というメッセージが表示されるので OK ボタンをクリックします。



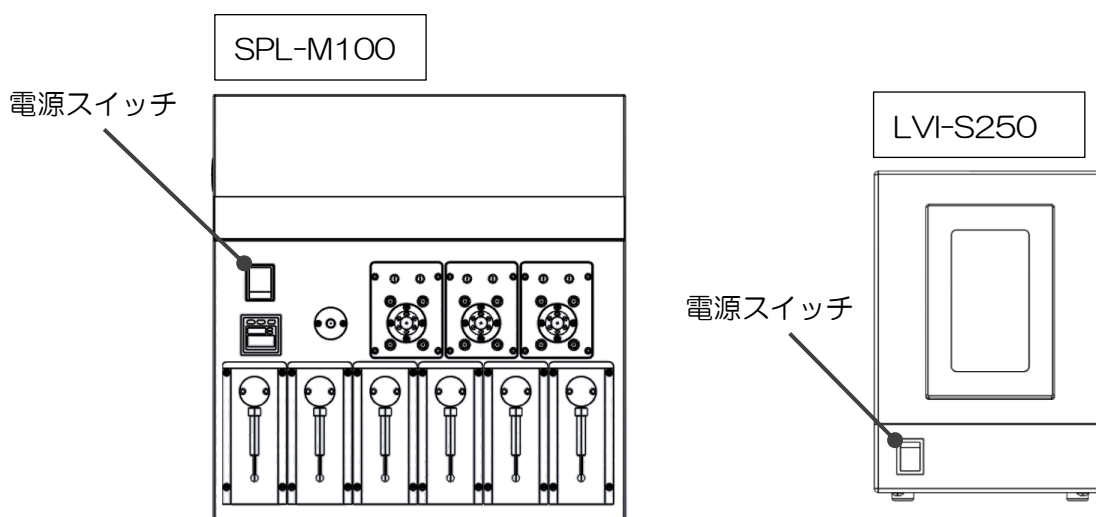
## SPL-M100 簡易マニュアル (アジレント社 GC 用)

SPL-STUDIO のソフトを右上の×ボタンをクリックして終了させます。



送液部（コントローラ）にある電源スイッチを OFF（O）にします。  
LVI-S250 の電源スイッチも同様に OFF（O）にします。

以上でシャットダウン操作が終了となります。



### ▲ 注意

#### バッテリーの消費について

SPL-M100 用コントローラには、ロボットの位置座標を記憶するための内臓バッテリーが使用されています。本体の電源を切っている間はメモリーのためにバッテリーが消費されます。バッテリーの消費を抑えるには、本体の電源を切らずに常に ON にして頂くことをお勧めします。

Ver. 1 (202110)